

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 07045229
PUBLICATION DATE : 14-02-95

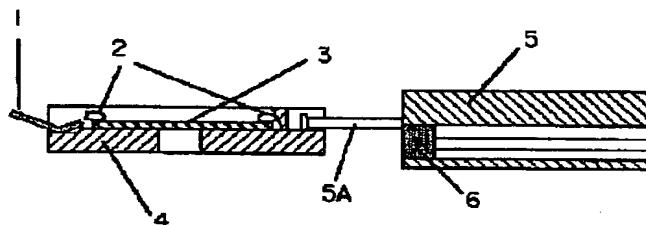
APPLICATION DATE : 29-07-93
APPLICATION NUMBER : 05188087

APPLICANT : HITACHI LTD;

INVENTOR : MISAWA YUTAKA;

INT.CL. : H01J 37/20

TITLE : SAMPLE HOLDER FOR ELECTRON
MICROSCOPE AND SAMPLE
TEMPERATURE MEASURING
METHOD



ABSTRACT : PURPOSE: To measure a temperature with high accuracy out of relation to a kind of a sample on a sample stand, and enhance reliability of a sample holder by measuring the temperature of the sample stand in a noncontact condition.

CONSTITUTION: A sample 3 is fixed on a sample stand 4 by sample pressing jigs 2. The sample stand 4 engages with an eccentric shaft 5A installed on an inclined control rod 5, and is inclined by rotation of the inclined control rod 5. A noncontact type temperature sensor 6 is installed in a position opposed to a side wall of the sample stand 4 in the inclined control rod 5. When the sample 3 is heated, since a temperature of the sample stand 4 changes and intensity or a wave length of an electromagnetic wave generated from the side wall of the sample stand 4 changes, at least one of the intensity and the wave length of the electromagnetic wave is measured by the noncontact type temperature sensor 6.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO

Best Available Copy

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-45229

(43)公開日 平成7年(1995)2月14日

(51)Int.Cl.⁶

H 0 1 J 37/20

識別記号

E

A

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平5-188087

(22)出願日 平成5年(1993)7月29日

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 上田 和浩

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

(72)発明者 三沢 豊

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

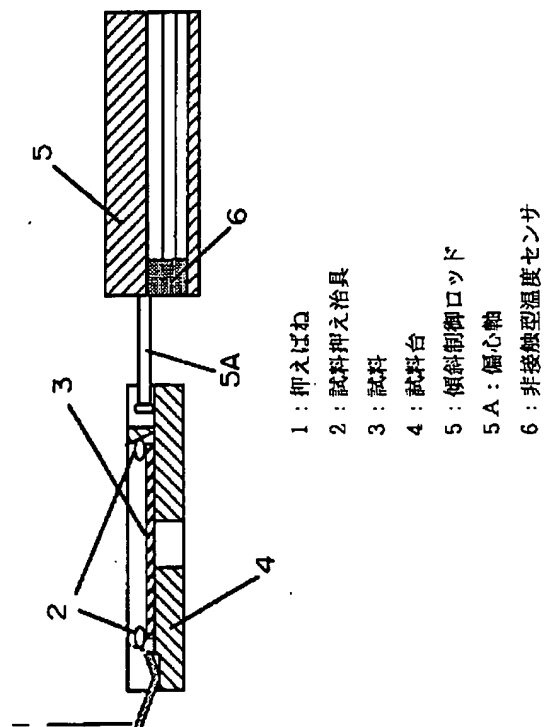
(74)代理人 弁理士 鶴沼 辰之

(54)【発明の名称】 電子顕微鏡用試料ホルダおよび試料温度測定方法

(57)【要約】

【目的】 試料台の温度を非接触で測定することにより、試料台上の試料の種類に関わり無く温度測定を高精度に行い、かつ試料ホルダの信頼性向上を図る

【構成】 試料3は試料台4の上に試料押え治具2で固定されている。試料台4は傾斜制御ロッド5に取付けられた偏心軸15Aに係合し、傾斜制御ロッド5の回転によって傾斜する。傾斜制御ロッド5には試料台4の側壁に対向した位置に非接触型温度センサ6が取付けられている。そして、試料3が加熱されると試料台4の温度が変化し、試料台4の側壁から発生する電磁波の強度または波長が変化するので、その電磁波の強度および波長の少なくとも一方を非接触型温度センサ6で測定する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料が載置され且つこの試料の温度を変化させる温度可変機構を有する試料台と、該試料台を任意の傾斜角度で支持するロッド部とを備え、電子顕微鏡内の所定位置に設置される電子顕微鏡用試料ホルダにおいて、

前記試料台の温度を非接触で検出する温度検出手段を設けたことを特徴とする電子顕微鏡用試料ホルダ。

【請求項2】 試料が載置された試料台と、該試料台を任意の傾斜角度に支持するロッド部とを備え、電子顕微鏡内の所定位置に設置される電子顕微鏡用試料ホルダにおいて、

前記試料台の温度を検出する温度検出手段を前記ロッド部に設けたことを特徴とする電子顕微鏡用試料ホルダ。

【請求項3】 請求項1又は2に記載の電子顕微鏡用試料ホルダにおいて、

前記温度検出手段は、前記試料台で発生した電磁波の強度および波長の少なくとも一方を検出することを特徴とする電子顕微鏡用試料ホルダ。

【請求項4】 請求項1又は2に記載の電子顕微鏡用試料ホルダにおいて、

前記試料台の全部または一部は、温度が変化するとき、発生する電磁波の強度または波長が変化する物質で構成されていることを特徴とする電子顕微鏡用試料ホルダ。

【請求項5】 試料が載置され且つこの試料の温度を変化させる温度可変機構を有する試料台と、該試料台を任意の傾斜角度で支持するロッド部とを備え、電子顕微鏡内の所定位置に設置される電子顕微鏡用試料ホルダにおいて、

前記試料台の温度を検出する温度検出手段を前記ロッド部に設けるとともに、前記試料台の一部に前記温度検出手段に対向させて曲面部を形成したことを特徴とする電子顕微鏡用試料ホルダ。

【請求項6】 請求項5に記載の電子顕微鏡用試料ホルダにおいて、

前記曲面部は、凸状または凹状に形成されていることを特徴とする電子顕微鏡用試料ホルダ。

【請求項7】 請求項5又は6に記載の電子顕微鏡用試料ホルダにおいて、

前記曲面部にカーボン系の材料を塗布したことを特徴とする電子顕微鏡用試料ホルダ。

【請求項8】 請求項1、2又は5に記載の電子顕微鏡用試料ホルダにおいて、

前記試料台及びロッド部は、リン青銅またはステンレスで形成されていることを特徴とする電子顕微鏡用試料ホルダ。

【請求項9】 請求項1～8のいずれかに記載の電子顕微鏡用試料ホルダを搭載したことを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項10】 電子顕微鏡内の所定位置に設置された

試料ホルダ上の試料温度を測定する場合、前記試料台の温度を非接触で検出することにより、前記試料の温度を測定することを特徴とする試料温度測定方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、電子顕微鏡の対物レンズ内に設置され、上面に観察すべき試料が載置された電子顕微鏡用試料ホルダ、および該ホルダ上の試料温度測定方法に関する。

【0002】

【従来技術】電子顕微鏡においては、試料を加熱または冷却した状態で観察することが一般的である。このため、加熱または冷却した試料の温度を正確に測定することは重要なことである。

【0003】ところで、試料の温度を測定するには、試料自身に熱電対などの温度センサを取り付ければよい訳であるが、電子顕微鏡用の試料の場合、試料が非常に小さい(直径3mm以下)ため、熱電対などの接触型の温度センサを試料自身に取り付けることは不可能であった。そこで、従来の試料ホルダでは、試料台などの試料に近い位置に熱電対などの接触型温度センサを取り付けて、試料の温度を測定していた。

【0004】また、特開平1-159946号公報に記載のように、非接触温度センサを用いて電子顕微鏡用試料の温度を測定することも提案されている。これは、試料を加熱するために電子線の出力をパルスにして試料に照射し、そのときの試料からの赤外線の強弱によって試料温度を測定するものである。

【0005】なお、近年、試料を加熱または冷却する機能を有する試料ホルダにおいても試料台を任意の方向に傾斜(±15度程度)できるものが開発され、このような試料ホルダにおいて試料の温度を正確に測定することが要求されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記従来の技術のうち、試料台に接触型温度センサを取付けたものでは、温度センサのリード線が試料台の精密な運動を妨げるとともに、リード線の接続部が試料台の傾斜によって曲げ作用を受けてリード線が断線してしまい、試料ホルダの寿命が短くなるという問題がある。

【0007】また、特開平1-159946号公報の技術では、試料温度を正確に知るには試料の種類が制限されてしまう。すなわち、試料台を傾斜させると試料の種類によって赤外線の発生効率が変化し、予め試料の種類が分かっていると正確な測温ができないという欠点がある。

【0008】本発明の目的は、試料台の温度を非接触で測定することにより、試料台上の試料の種類に関わり無く温度測定を高精度に行い、かつ試料ホルダの信頼性向上を図ることができる電子顕微鏡用試料ホルダ、および

試料温度測定方法を提供することである。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明は、試料が載置され且つこの試料の温度を変化させる温度可変機構を有する試料台と、該試料台を任意の傾斜角度で支持するロッド部とを備え、電子顕微鏡内の所定位置に設置される電子顕微鏡用試料ホルダにおいて、前記試料台の温度を非接触で検出する温度検出手段を設けたものである。

【0010】また、本発明は、試料が載置された試料台と、該試料台を任意の傾斜角度に支持するロッド部とを備え、電子顕微鏡内の所定位置に設置される電子顕微鏡用試料ホルダにおいて、前記試料台の温度を検出する温度検出手段を前記ロッド部に設けたものである。

【0011】また、本発明は、試料が載置され且つこの試料の温度を変化させる温度可変機構を有する試料台と、該試料台を任意の傾斜角度で支持するロッド部とを備え、電子顕微鏡内の所定位置に設置される電子顕微鏡用試料ホルダにおいて、前記試料台の温度を検出する温度検出手段を前記ロッド部に設けるとともに、前記試料台の一部に前記温度検出手段に対向させて曲面部を形成したものである。

【0012】また、本発明は、上記いずれかの電子顕微鏡用試料ホルダを電子顕微鏡に搭載したことである。

【0013】さらに、本発明は、電子顕微鏡内の所定位置に設置された試料ホルダ上の試料温度を測定する場合、前記試料台の温度を非接触で検出することにより、前記試料の温度を測定することである。

【0014】

【作用】本発明は、試料台の温度が高くなると試料台で発生する電磁波の強度が増え、最大強度の波長が短くなることを利用したもので、波長・強度の片方、または両方を検出する温度検出手段を設けることにより、試料台の温度を非接触で測定し、試料温度を高精度に知ることができるようにしたものである。

【0015】また、本発明では試料台の温度を非接触で測定しているため、試料台とロッド部との間には温度センサ等のリード線が存在せず、試料台を繰返し傾斜させてもリード線断線といった不具合発生を回避することができ、試料ホルダの信頼性を向上させることが可能である。

【0016】また、非接触型の温度センサを用いた場合に生じる試料の違いによる測定温度の違いは試料台の温度を測定しているため生じない。また、試料台の一部に曲面部を形成したので、試料台の傾斜による電磁波の発生効率の変化を無くし、傾斜による測定温度の変化を低く抑えることが可能である。

【0017】

【実施例】以下、本発明の一実施例を図面に従って説明する。図2は電子顕微鏡の外観を示している。電子顕微

鏡は、電子銃7で発生した電子線を、ガンバルブ8を開いてコンデンサレンズ10に導きコンデンサレンズ10で集束する。このとき、集束した電子線のうちの用いる領域をコンデンサレンズ絞り9で制限し、その領域制限した電子線を対物レンズ21に入れる。

【0018】図3は対物レンズ12付近の詳細構成を示している。図において、鏡体22の内部は(1/10⁵)Pa以下の高真空中に保持されている。上述のコンデンサレンズ10をでた電子線は、電子線通路29に沿って対物レンズ21内に入り、試料ホルダ11に取り付けられた試料3に入射し、その後、結像レンズ12(図2参照)の側に抜ける。試料ホルダ11は軸受ロッド28で支持されており、この試料ホルダ11によって、試料3は真空中でしかも上下の対物レンズ21間5mm以下のせまい領域に保持されている。試料3の移動は、試料移動用つまみ13(図2参照)を操作することにより行われる。すなわち、試料移動用つまみ13を操作することで、X方向の移動なら試料微動ネジ23を駆動して行われ、Y方向の移動なら試料微動ネジ26を駆動し、これによって、てこ25、微動軸27、軸受ロッド28を駆動して行われる。フォーカスはフォーカス調整ネジ/試料微動ネジ24を動かして調整する。

【0019】また、図2に示すように、試料を透過した電子線は結像レンズ12で拡大され、その観察領域が制限視野絞り20で制限されて観察室18に投影される。そして、観察室18内にある蛍光板上の像をルーペ14で拡大して観察する。写真はカメラ室16内の電頭フィルム上に観察室18を通して結像して撮影する。電子線の加速電圧、鏡体の真空排気系はコントロールラック19で制御され、コンデンサレンズ10、対物レンズ21、結像レンズ12の制御は右操作盤15および左操作盤17で行う。

【0020】上述した電子顕微鏡の構造や原理については、Ludwig Reimer: Transmission Electron Microscopy, 2nd Edition (Spring-Verlag 1989)に詳しく記載されている。

【0021】図4は二軸傾斜試料ホルダの試料台付近の構造を示している。図に示すように、試料3は試料台4の上に試料押え治具2で固定されている。試料台4は、試料ホルダのロッド部31とは傾斜軸30で接しており、傾斜軸30を中心にして傾斜自在である。また、試料台4は傾斜制御ロッド5の端部に取付けられた偏心軸5Aに係合している。そして、試料台4は傾斜制御ロッド5の回転によって傾斜軸30の回りに矢印Aのように±15度の範囲で傾斜する。また電子顕微鏡に内蔵している傾斜機構によって、ロッド部31は傾斜軸と直交する軸の回りにも矢印Bのように±15度の範囲で傾斜することが可能になっている。このときの試料台付近の厚さは1.5mm以下である必要がある。

【0022】図1は本発明の特徴部分を示しており、電

5

子顕微鏡の試料ホルダに非接触型温度センサを内蔵した例である。図に示すように、試料3は試料台4の上に試料押え治具2で固定され、試料台4は傾斜制御ロッド5の回転によって傾斜軸の回りに±15度の範囲で傾斜する。傾斜制御ロッド5には試料台4の側壁に対向した位置に非接触型温度センサ6が取付けられている。図1では傾斜制御ロッド5に非接触型温度センサ6を内蔵しているが、非接触型温度センサ6は試料台4の周りのロッド部であればどこでも良い。そして、試料3が加熱されると試料台4の温度が変化し、試料台4の側壁から発生する電磁波の強度または波長が変化するので、その電磁波の強度および波長の少なくとも一方を非接触型温度センサ6で測定する。なお、1は試料台4を係止する押さえばねである。

【0023】試料ホルダは対物レンズのギャップ5mmの間に挿入されるため、傾斜制御ロッド5に取付けられる非接触型温度センサ6は超小型の検出器でなければならないとともに、検出効率が測定精度に直接影響するため、高感度の検出器である必要がある。本実施例では、非接触型温度センサ6としては半導体の赤外線検出器を用いた。また、試料台4は温度変化によって放射する波長および強度が変化する物質（例えば、リン青銅やステンレス）を用いて作製する必要がある。本実施例では、リン青銅を用いて作製した。

【0024】本実施例によって試料台4の温度を±0.5℃の精度で測定できるようになった。また、本実施例では非接触型温度センサ6に可動部分がないため、試料台4の傾斜の制御性、および試料ホルダの寿命は測温機能のない試料ホルダと同等であった。

【0025】次に、図5は本発明の他の実施例を示している。本実施例も、前述の実施例と同様に、試料3は試料台4の上に試料押え治具2で固定されており、試料台4は傾斜制御ロッド5の回転によって傾斜軸の回りに±15度の範囲で傾斜するようになっている。本実施例の特徴は、試料台4の側壁に非接触型温度センサ6に対向して球状測定部32が設けられていることである。

【0026】前述の実施例では、試料台4を傾斜させると、試料台4の側壁の法線と非接触型温度センサ6とのなす角が変化するため、電磁波の発生効率が変化して測定温度が変化してしまう恐れがある。そこで、本実施例においては、上記の球状測定部32を設けることによって、試料台4の傾斜による電磁波の発生率の変化を低く押えることが可能となっている。また、球状測定部32からの電磁波の発生率を大きくするため、温度が上昇すると発光する物質（例えばカーボン系の塗料）を球状測定部32に塗布しておくとも良い。これによって、測定温度の精度を向上させることができる。

【0027】本実施例によれば、試料台4を傾斜させた場合でも試料台4の温度の測定精度が±1℃以下の精度で測定できるようになった。なお、球状測定部32は図

6

5では凸状であるが凹状であっても良い。また球状測定部32は、半球状、かまぼこ状、または複数の半球を並べた形状であっても良い。

【0028】図6は本発明の更に他の実施例であり、傾斜制御ロッド5にヒータ36への電力供給線を兼ねさせた二軸傾斜加熱ホルダに本発明を適用した例である。ヒータ36へは温度コントローラ35から傾斜制御ロッド5を介して電力を供給し、傾斜自在な試料台4を傾斜軸に押えつけている押えばね1からグランドに落としている。試料3は試料台4に試料押え治具2で固定され、試料台4の中にあるヒータ36によって試料台4と一緒に加熱される。この場合、傾斜制御ロッド5はヒータ供給用の電流が流れるために非接触型温度センサ6を内蔵できない、しかも試料台4と非接触型温度センサ6の距離が測定温度の精度を決める。

【0029】そこで、本実施例では、傾斜制御ロッド5の試料台4側端部にはレンズ33を設け、そのレンズ33に接続された光ファイバ34で電磁波を、試料ホルダの傾斜駆動部などがある領域に配置された非接触型温度センサ6まで導く構成としている。

【0030】本実施例でも、傾斜制御ロッド5に非接触型温度センサ6を取付けた前述の2つの実施例と同等の効果が得られた。また、本実施例では非接触型温度センサ6の出力信号を温度コントローラ35に入力するとともに、PID制御を用いてヒータ36への電流をコントロールし、試料台4の温度を制御できるようにした。この結果、試料台4の温度は±1℃以下の精度で測定可能となり、試料台4の温度を±1℃の範囲内で制御できるようになった。

【0031】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、試料台の温度を非接触で測定する構成であるから、試料台とロッド部との間には温度センサのリード線等は存在せず、試料台を精密に動かすことができるとともに、リード線断線による不具合発生がなくなり試料ホルダの信頼性を向上させることができる。

【0032】また、試料の温度ではなく試料台の温度を測定しているので、試料台を傾斜させても試料の種類に関わり無く温度測定を高精度に行うことができる。その結果、電子顕微鏡による高精度の観察と分析が実現可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の電子顕微鏡用試料ホルダの要部断面図である。

【図2】電子顕微鏡の外観図である。

【図3】電子顕微鏡の対物レンズ付近の詳細構成図である。

【図4】電子顕微鏡用試料ホルダの試料台付近の詳細構成図である。

【図5】本発明の他の実施例であり、電子顕微鏡用試料

7

ホルダの要部断面図である。

【図6】本発明の更に他の実施例であり、温度コントローラが接続された電子顕微鏡用試料ホルダの断面図である。

【符号の説明】

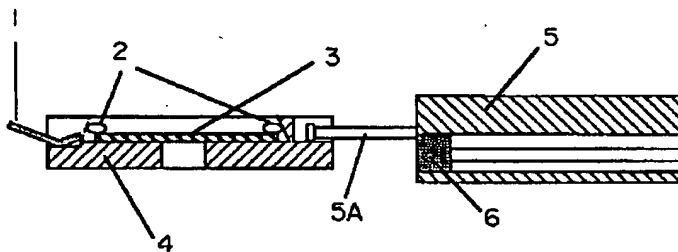
- 1 押えばね
- 2 試料押え治具
- 3 試料
- 4 試料台
- 5 傾斜制御ロッド
- 5A 偏心軸
- 6 非接触型温度センサ
- 7 電子銃
- 8 ガンバルブ
- 9 コンデンサレンズ絞り
- 10 コンデンサレンズ
- 11 試料ホルダ
- 12 結像レンズ
- 13 試料移動用つまみ
- 14 ルーペ
- 15 右操作盤

10

- 16 カメラ室
- 17 左操作盤
- 18 観察室
- 19 コントロールラック
- 20 制限視野絞り
- 21 対物レンズ
- 22 鏡体
- 23 試料微動ネジ(X軸)
- 24 フォーカス調整ネジ/試料微動ネジ(Z軸)
- 25 てこ
- 26 試料微動ネジ(Y軸)
- 27 微動軸
- 28 軸受ロッド
- 29 電子線通路
- 30 傾斜軸
- 31 ロッド部
- 32 球状測定部
- 33 レンズ部
- 34 光ファイバ
- 35 温度コントローラ
- 36 ヒータ

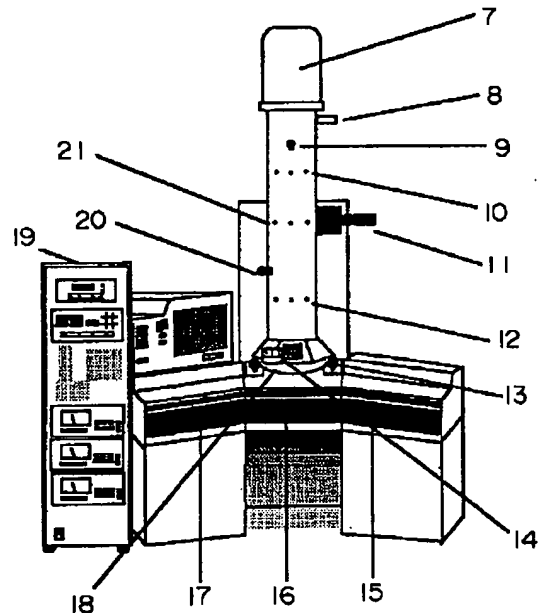
20

【図1】



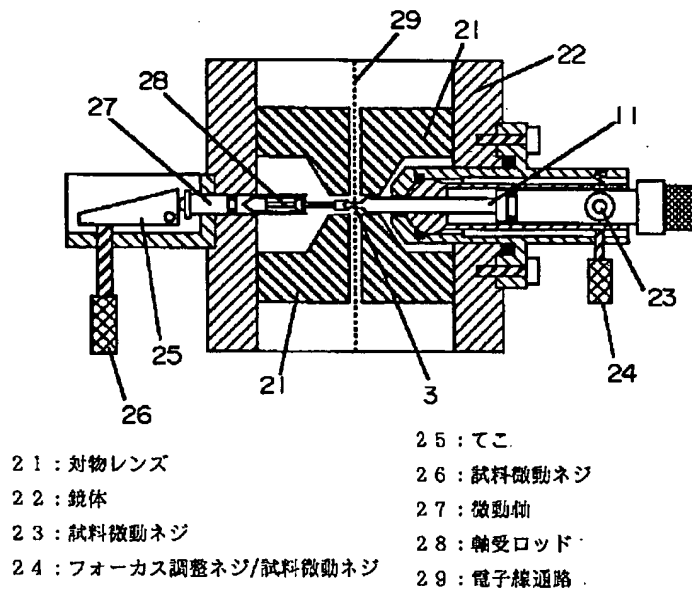
- 1 : 押えばね
- 2 : 試料押え治具
- 3 : 試料
- 4 : 試料台
- 5 : 傾斜制御ロッド
- 5A : 偏心軸
- 6 : 非接触型温度センサ

【図2】

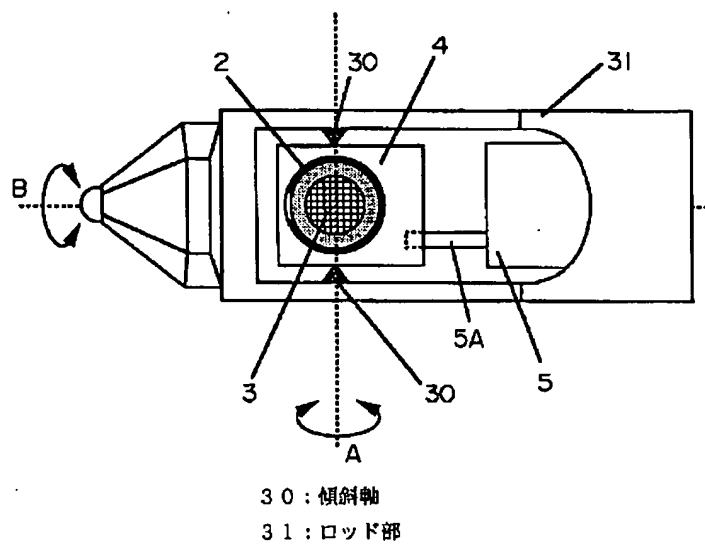


Best Available Copy

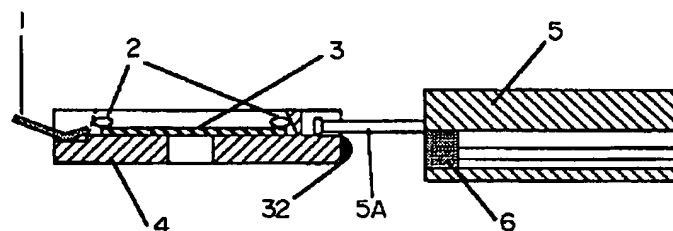
【図3】



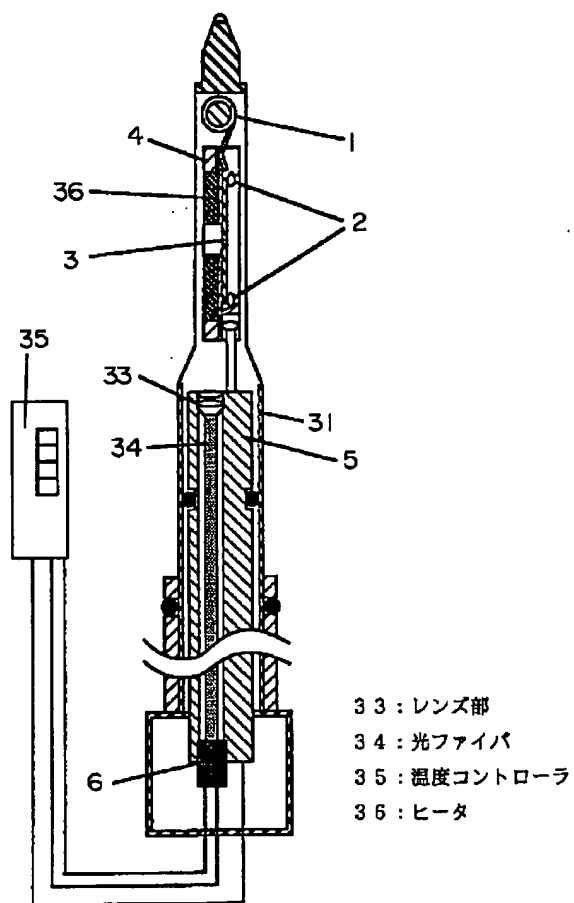
【図4】



【図5】



【図6】



Method and apparatus for image restitution in scanning microscopy and scanning microscope

Patent number: EP1178344
Publication date: 2002-02-06
Inventor: ENGELHARDT JOHANN DR [DE]
Applicant: LEICA MICROSYSTEMS [DE]
Classification:
- **international:** G02B21/00
- **european:** G02B21/00M4A
Application number: EP20010117175 20010714
Priority number(s): DE20001037783 20000803

Also published as:

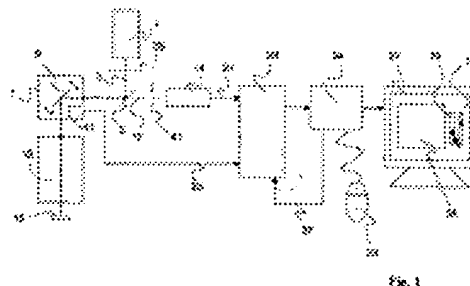
US2002024008 (A1)
JP2002131646 (A)
DE10037783 (A1)

Cited documents:

DE4017549
XP000000354
JP9197280
JP11271626
JP5002135
more >>

Abstract of EP1178344

Method for phase correction of position and detection signals for use in scanning microscopy has the following steps: (a) generation of a position signal from the position of a beam deflector (7) and production of a detection signal (21) from the light (17) originating from the object (15); (b) transfer of the position signal (25) and detection signal (21) to a processing unit (23); (c) determination of correction values and transfer of correction values to the processing unit for comparison of time differences between position and detection signals. Independent claims are included for the following: (1) a device for phase correction of position and detection signals from a scanning microscope; (2) a scanning microscope with phase correction.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Best Available Copy